

(54) MANUFACTURE OF RARE EARTH MAGNET

(11) 61-148808 (A) (43) 7.7.1986 (19) JP  
(21) Appl. No. 59-271524 (22) 22.12.1984  
(71) MATSUSHITA ELECTRIC WORKS LTD (72) ATSUSHI SAKAI(1)  
(51) Int. Cl. H01F41/02, H01F1/08

**PURPOSE:** To obtain a sintered body with dimensional accuracy through preventing the sintered body and a base from sintering by sintering moldings after interposing powder of oxide samarium between the moldings and the base.

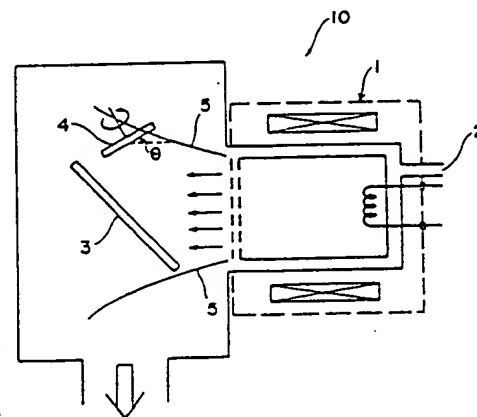
**CONSTITUTION:** In a process in which powdered moldings including a rare earth element is sintered on a base, moldings are sintered through interposing powder of oxide samarium between the moldings and the base. Molding in a magnetic field is done by using alloy powder composed of, for instance, Sm 27wt%, Co 47.1wt%, Cu 4.6wt%, Fe 18.5wt% and Zr 2.8wt%. On the other hand, an  $\text{Sm}_2\text{O}_3$  powder is sprayed by using a 300 mesh screen on a pressure plate and a plate-like base made of stainless SUS304. After moldings are placed on a surface adhered by the powder of this base, on this the pressure plate is put with the surface down adhered by the powder, and are sintered in 1,200°C for 1hr, a rare earth magnet is obtained.

(54) MANUFACTURE OF SOFT MAGNETIC IRON THIN FILM

(11) 61-148809 (A) (43) 7.7.1986 (19) JP  
(21) Appl. No. 59-270708 (22) 24.12.1984  
(71) NIPPON TELEGR & TELEPH CORP <NTT>  
(72) TOMOYUKI TOSHIMA(3)  
(51) Int. Cl. H01F41/18, C23C14/14

**PURPOSE:** To obtain a soft magnetic iron thin film of high relative permeability and saturation magnetic flux density by forming an iron thin film through sputtering a substrate by an ion beam as well as by using inert gas ions that include nitride of a specific rate of partial pressure in sputtering an ion target.

**CONSTITUTION:** After an ion target 3 is sputtered by an inert gas ion beam, an iron thin film is formed on a substrate 4. In this manufacture of a soft magnetic iron thin film, when what includes nitride of partial pressure 10~50% as inert gas ion sputtering the ion target 3 is used, the substrate 4 is also sputtered by an ion beam. For instance, after an inside of a sputter evaporation device 10 is firstly exhausted to about  $2 \times 10^{-6}$  Torr, and then an Ar gas including nitride of partial pressure 10~50% is introduced by  $1 \times 10^{-4}$  Torr from an introduction hole 2 of the inert gas, and the inert gas is ionized, potential difference of 1kV is given between an ion gun 1 and the target 3 and the ion beam is accelerated, and the target 3 is sputtered, and a film is formed on the substrate 4 of a substrate angle  $12^\circ$ .

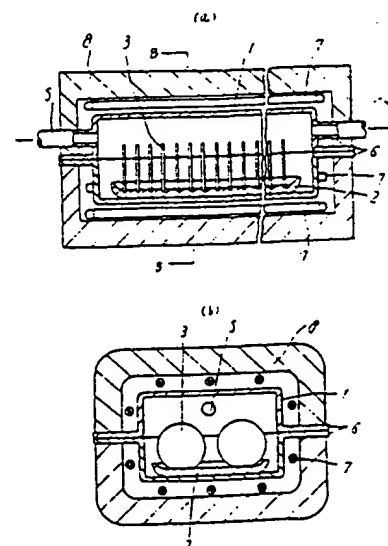


(54) HEAT TREATMENT DEVICE

(11) 61-148814 (A) (43) 7.7.1986 (19) JP  
(21) Appl. No. 59-270829 (22) 24.12.1984  
(71) HITACHI LTD (72) MASAKUNI AKIBA(1)  
(51) Int. Cl. H01L21/205, H01L21/22, H01L21/31

**PURPOSE:** To speedily increase temperature up to a predetermined processing temperature, to stably maintain the predetermined temperature and to improve productivity in heat treatment of an object to be processed by using at least two kinds of heating means for heating the object to be processed positioned in a processing chamber.

**CONSTITUTION:** At least two kinds of heating methods 7 and 8 for heating an object 3 to be processed positioned in a processing chamber 1 are provided. For instance, a boat 2 is disconnectably positioned inside the processing chamber 1, and a predetermined quantity of the object 3 to be processed is positioned in an upright state in a predetermined space in the boat 2. A reaction gas supply pipe 4 and an exhaust pipe 5 are connected with the upper portion of facing fluid end in the processing chamber 1, and a predetermined reaction gas is flown in the processing chamber 1, and a predetermined reaction gas is provided in parallel with a direction of length of the processing chamber 1. A tubulous resistance heating heater 8 whose both ends are closed is provided in a state in which the infrared-ray lamp heaters 7a arranged in the processing chamber 1 and in a periphery of this processing chamber 1 are accommodated.



## ⑫ 公開特許公報(A)

昭61-148809

⑬ Int.Cl.<sup>4</sup>H 01 F 41/18  
C 23 C 14/14

識別記号

庁内整理番号

7354-5E  
7537-4K

⑭ 公開 昭和61年(1986)7月7日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全8頁)

⑮ 発明の名称 軟磁性鉄薄膜の製造方法

⑯ 特 願 昭59-270708

⑰ 出 願 昭59(1984)12月24日

特許法第30条第1項適用 昭和59年10月12日 社団法人応用物理学会が開催する「第45回応用物理学会学術講演会」において講演予稿集に発表

⑱ 発 明 者 戸 島 知 之 武蔵野市緑町3丁目9番11号 日本電信電話公社武蔵野電気通信研究所内

⑲ 発 明 者 田 子 章 男 武蔵野市緑町3丁目9番11号 日本電信電話公社武蔵野電気通信研究所内

⑳ 発 明 者 柳 沢 佳 一 武蔵野市緑町3丁目9番11号 日本電信電話公社武蔵野電気通信研究所内

㉑ 出 願 人 日本電信電話株式会社 東京都千代田区内幸町1丁目1番6号

㉒ 代 理 人 弁理士 光石 士郎 外1名

最終頁に続く

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

軟磁性鉄薄膜の製造方法

## 2. 特許請求の範囲

(1) 不活性ガスイオンビームで鉄ターゲットをスパッタリングし基板上に鉄薄膜を形成する軟磁性鉄薄膜の製造方法において、鉄ターゲットをスパッタリングする不活性ガスイオンとして分圧比10～50%の窒素を含むものを使用すると共に、基板もイオンビームでスパッタリングし、鉄薄膜を形成することを特徴とする軟磁性鉄薄膜の製造方法。

(2) スパッタリングイオンビームに対する基板角度又はイオンビームの入射角度を調節し、基板上に形成する軟磁性鉄薄膜の磁気特性を制御することを特徴とする特許請求の範囲第(1)項記載の軟磁性鉄薄膜の製造方法。

## 3. 発明の詳細な説明

## &lt;産業上の利用分野&gt;

この発明は磁気ヘッド用の飽和磁束密度(B<sub>s</sub>)および比透磁率( $\mu$ )の高い鉄薄膜の製造方法に関する。

## &lt;従来の技術&gt;

たとえば磁気ファイル装置などの磁気記録体の記録面密度および転送速度を高くしようとする記録媒体に保磁力(H<sub>c</sub>)の大きい磁性材料を用いると共に、磁気ヘッドには記録媒体を十分に磁化できる高飽和磁束密度を有し、かつ記録媒体からのリーク磁束を効率よく集束するため高い比透磁率を有する磁性材料で構成する必要がある。このような条件を満足する磁気ヘッドとして従来から、フェライトを機械加工して得られたバックヘッドを使用してきた。

しかし、その高飽和磁束密度化と微細加工が限界に近づいてきたために、現在はフォトリソグラフィ技術を応用した微細加工技術と磁性薄膜化によつて得られた磁気ヘッドが磁気ファイル装置、特に大容量の磁気ファイル装置に利用されている。

この種、薄膜ヘッド用磁性材料として通常、

NiFe 膜 ( $B_s$  値  $\approx 1$  T) が用いられている。

また、近年注目を集めている垂直磁化記録用ヘッドには、通常より飽和磁束密度( $B_s$ )の高いCoZr系アモルファス膜 ( $B_s \approx 1.3$  T) が良く使用されている。

< 発明が解決しようとする問題点 >

磁気記録媒体を十分に磁化するためには、磁気ヘッドの飽和磁束密度  $B_s$  (T) として、

[ 磁気記録媒体の  $H_c$  (エルステッド) ]

1,000

以上の値を要することが経験上知られている。現在、磁気ファイル装置用媒体として、保磁力  $H_c$  が最高 1,000 エルステッド程度のものが使用されているから、このように 1,000 エルステッドを超える磁気記録媒体に使用する磁気ヘッドには、上述した NiFe, CoZr 以上の飽和磁束密度を有する軟磁性薄膜が必要になる。

また、垂直磁化記録においては主磁極厚さが薄いほど高密度信号を再生できるが、この場合

で鉄ターゲットをスパッタリングし、基板上に鉄薄膜を形成する軟磁性鉄薄膜の製造方法において、鉄ターゲットをスパッタリングする不活性ガスイオンとして分圧比 10 ~ 50 % の窒素を含むものを使用すると共に、基板もイオンビームでスパッタリングして鉄薄膜を形成することを特徴とするものである。

本発明の軟磁性鉄薄膜の製造方法において、鉄ターゲットをスパッタリングする不活性ガスイオンビーム中の窒素の分圧比は 50 % を超えると、 $Fe_3N$  以外に軟磁性的に良好でない窒化物が増加する。また、窒素の分圧比が 10 % に満たないときは窒素の含有量が少く磁気特性の良好な窒化鉄が生成されない。

本発明の軟磁性鉄薄膜の製造方法においては、基板をスパッタリングするイオンビームを鉄ターゲットと同じ分圧比で 10 ~ 50 % の窒素を含む不活性ガスイオンビームを使用してもよく、また別のイオンビームでスパッタリングしてもよい。

には、信号の記録時において、主磁極部に飽和が生じやすくなるので長手記録用磁気ヘッド以上値の高い飽和磁束密度をもつ軟磁性薄膜が求められている。

NiFe, CoZr あるいは  $FeSiAl_2$  ( $B_s \approx 1.2$  T) 以上の値の高い飽和磁束密度を有する磁性材料として鉄がある。これらの NiFe, CoZr あるいは  $FeSiAl_2$  薄膜は従来の真空蒸着あるいは不活性ガスイオンビームによる鉄ターゲットのスパッタ蒸着によつて製造しておつたが、比透磁率の小さな膜しか得られず、磁気ヘッド用に使用できなかつた。

この発明は、このような磁気ヘッド用材料における上述の欠点を除くためになされたものであつて、飽和磁束密度 ( $B_s$ ) および比透磁率 ( $\mu$ ) の大きな軟磁性鉄薄膜の製造方法を提供しようとするものである。

< 問題点を解決するための手段 >

上述の目的を達成するための本発明の軟磁性鉄薄膜の製造方法は、不活性ガスイオンビーム

また、本発明の軟磁性鉄薄膜の製造方法において、入射イオンビームに対する基板角度又は基板に入射するイオンビームの角度を調節し、基板上に形成される軟磁性鉄薄膜の磁気特性を制御することができる。

上記の本発明の軟磁性鉄薄膜の製造方法によつて基板上に形成される鉄薄膜は、純鉄の薄膜だけでなく、 $Fe_3N$ ,  $Fe_4N$ ,  $Fe_5N$  等各種組成の窒化鉄膜を含めた広義の鉄薄膜を対象とするものである。

< 作用 >

以上のように、分圧比 10 ~ 50 % の窒素を含む不活性ガスイオンビームで鉄ターゲットをスパッタリングすると、ターゲットからスパッタリングされた鉄イオンは、不活性ガスイオンビーム中では比較的活性の窒素イオンと反応して鉄窒化物を形成し基板面に成膜する。しかも成膜中、基板もイオンビームでスパッタリングされる結果、成膜の結晶成長も制御されその磁気特性もコントロールされるものと考えられる。

## <実施例>

つぎに、本発明の代表的な実施例と比較例に基づいて発明内容を具体的に説明する。

第1図は、本発明の軟磁性鉄薄膜の成膜に使用するスパッタ装置10の概略構造を示す。図中、1はイオン銃、2は不活性ガス導入口、3は鉄ターゲット、4はたとえばポリアミド製基板、5はイオン銃から放射される不活性ガスイオンビームの拡がり範囲を示す。

このスパッタ装置10を用いて軟磁性鉄薄膜を製造するには、先ずスパッタ装置10内を $2 \times 10^{-6}$  Torr程度に排気した後、不活性ガス導入口2から分圧比でそれぞれ10, 20, 30, 34, 40, 50, 60, 80および96%の窒素を含むArガスを $2 \times 10^{-4}$  Torr導入し、不活性ガスをイン化した後、イオン銃1とターゲット3間に1KVの電位差を与えてビーム電流25~28mAのイオンビームを加速し、ターゲット3をスパッタリングし、基板角度12°の基板4上に基板電流5~6mAで成膜した。

基板角度がある特定の範囲で保磁力が低下するのはX線構造解析の結果では特定できなかったが、 $\text{Fe}_3\text{N}$ が比較的多く生成されることによるものと考えられる。

また、Arガスに対する窒素ガス分圧比が40%のガスを用いて成膜した鉄薄膜の飽和磁束密度 $B_s$ の基板角度依存性について測定した結果を第4図に示す。ただし、測定はスパッタ装置の動作真空度 $2.2 \times 10^{-4}$  Torr、加速電圧1KV、ビーム電流25~28mA、基板電流5~6mAで行った。また、基板(ポリイミド製)上に鉄薄膜を成膜した後、この基板を矩形状に打ち抜き、これを10枚重ねてVSM(Vibrating Sample Magnetometer: 振動試料磁化測定装置)で飽和磁束密度( $B_s$ )を測定した。第4図の特性図から、保磁力が小さくなる範囲の基板角度であっても飽和磁束密度( $B_s$ )も増加し、純鉄以上の2Tを超える値を示しており、 $\text{Fe}_3\text{N}$ が生成している可能性を示している。

また、第5図に本発明の製造方法で成膜した

かくして得られた成膜の磁気特性(保磁力 $H_c$ )と不活性ガス(Ar)中の窒素分圧依存性を示すと第2図の特性図を得る。この特性図から、不活性ガス中の窒素分圧が10~50%において、保磁力が急激に激小していることが判る。また、窒素分圧を40%にして成膜した鉄薄膜の保磁力と基板角度の依存性を測定した結果を示すと第3図の結果をうる。ただし、成膜時のスパッタ装置10の動作真空度は $2.2 \times 10^{-4}$  Torr、イオン銃-鉄ターゲット間電位差1KV、ビーム電流25~28mA、基板電流5~6mAである。第3図の特性図から基板角度8~14°において保磁力が低くなることを示している。

窒素雰囲気中で鉄薄膜を形成すると、 $\text{Fe}_3\text{N}$ 、 $\text{Fe}_4\text{N}$ 、 $\text{Fe}_5\text{N}$ 等各種の組成の窒化鉄膜が形成され、それぞれ特有の磁気特性を示すことが知られている。

特に $\text{Fe}_3\text{N}$ は純鉄を越える飽和磁束密度( $B_s$ )と軟磁気特性を示すことが知られている。上述した第2図、第3図の特性図において窒素分圧、

保磁力 $H_c$ が約1エルステッドの軟磁性鉄薄膜のBH特性(印加磁場対磁束密度)および比透磁率( $\mu$ )の周波数特性図を示す。第5図の特性図から数10メガヘルツ(MHz)まで、1000以上の値を示し、磁気ヘッド用材料として十分な特性を有していることが判る。

ただし、第5図の周波数特性図は、上述した本発明の製造方法によつて膜厚0.3 $\mu$ に成膜した軟磁性鉄薄膜の磁化困難軸方向のBH特性を利用するものであつて、保磁力が1エルステッドとは、第6図に示すようにこの磁化困難軸方向の値を表わすものとする。

装置形態が異なるとイオンビームの拡がり具合も異なるために基板に流入するイオン電流値も変動する。そのために第2図、3図に示した結果とは異なるものとなるが、この場合でもある特性の範囲内の窒素分圧比および基板角度において、保磁力が小さかつ比透磁率の高い鉄薄膜が得られることが確認されている。また基板に同じ値のエネルギーを有するイオンビームが

流入すれば同一の効果が得られるので、ターゲットと基板にイオンを照射するイオンガンを分離しても同一の効果が得られることは明らかである。

#### 比較例

第1図に示すスパッタ蒸着装置10を用い、先ず装置10内を $2 \times 10^{-6}$  Torr 程度に排気した後、不活性ガス導入口2からArガスを導入すると共に、基板(ポリアミド製)を基板角度 $-5^{\circ}$ 、 $0^{\circ}$ 、 $6^{\circ}$ 、 $8^{\circ}$ 、 $10^{\circ}$ 、 $12^{\circ}$ 、 $15^{\circ}$ 、 $17^{\circ}$ 、 $18^{\circ}$ にすることにより基板に流入するイオン電流を制御して成膜したときの鉄薄膜の保磁力の特性を示すと第7図の特性図が得られる。第7図の結果から、基板角度が大きいことはイオン電流が大きいことを意味する。また、このようにして基板上に成膜した鉄薄膜の結晶構造をX線回折により調べると、基板角度が0のときは(211)の(110)に対するピーク比はバルク材料の場合の値の0.3になるが、 $\theta$ が大きくなると、この値はほぼ零になり、結晶成長がコントロールさ

鉄ターゲットをスパッタした場合にも同様の特性を示すことが確認できた。

#### <発明の効果>

以上の説明から明らかなように、本発明の軟磁性鉄薄膜の製造方法は、分圧比で10~50%の窒素を含有する不活性ガスイオンビームで鉄ターゲットをスパッタリングすると共に、基板をもイオンビームでスパッタリングするだけの操作で、基板上に生成する結晶構造を制御された窒化鉄膜を成膜することによつて、飽和磁束密度(Bs)および比透磁率の大きい鉄薄膜を形成した軟磁性鉄薄膜を製造することができる。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の軟磁性鉄薄膜の製造に使用するスパッタ装置の概略構成を示す断面図、第2図は本発明により得られた軟磁性鉄薄膜の不活性ガス中の窒素分圧対保磁力の関係を示す特性図、第3図は本発明により得られた軟磁性鉄薄膜の基板角度対保磁力の関係を示す特性図、第4図は本発明により得られた軟磁性鉄薄膜の基

板角度対飽和磁性密度の関係を示す特性図、第5図は本発明により得られた軟磁性鉄薄膜の比透磁力の周波数特性図、第6図は軟磁性鉄薄膜の磁化容易軸および磁化困難軸方向のBHヒステリシスループ図、第7図は窒素ガスを含む不活性ガスイオンビームを使用して成膜した従来の鉄薄膜の基板角度対保磁力の関係を示す特性図である。

上述の実施例の、スパッタ蒸着装置においては、基板に放射するイオンビームは鉄ターゲット3に放射する窒素含有の不活性ガスイオンビームと同じものを放射する場合について例示したが、スパッタ蒸着装置に別のイオン銃を設置し、鉄ターゲットに放射する窒素含有不活性ガスイオンビームと別のイオンビームを放射してもよい。

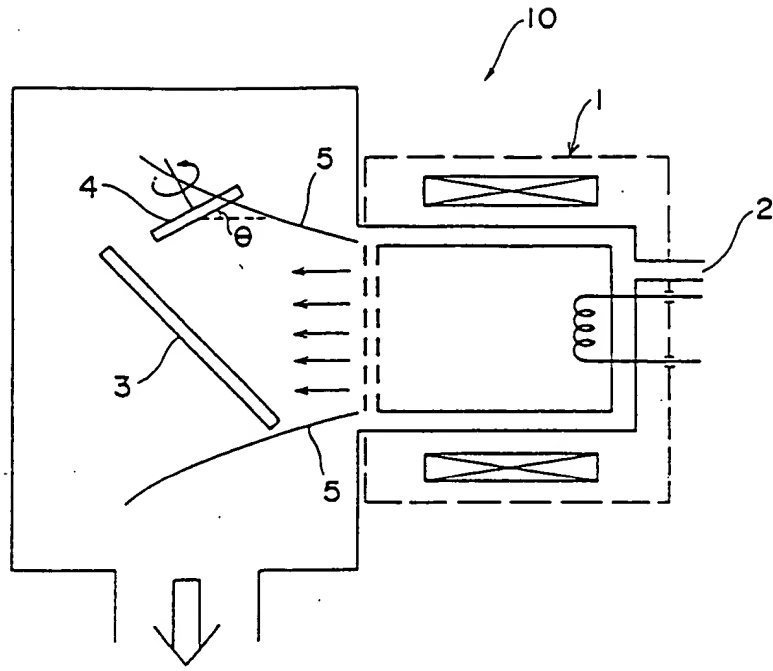
また、不活性ガスとしてArを使用するものについて例示したが、Ne、He等の他の不活性ガスを使用しても同様の効果をうることができる。

また、第4図の基板角度と飽和磁束密度の関係は不活性ガスイオン中の窒素の分圧比が40%のものについて例示したが、10~50%の範囲の分圧比の窒素を含む不活性ガスイオンで

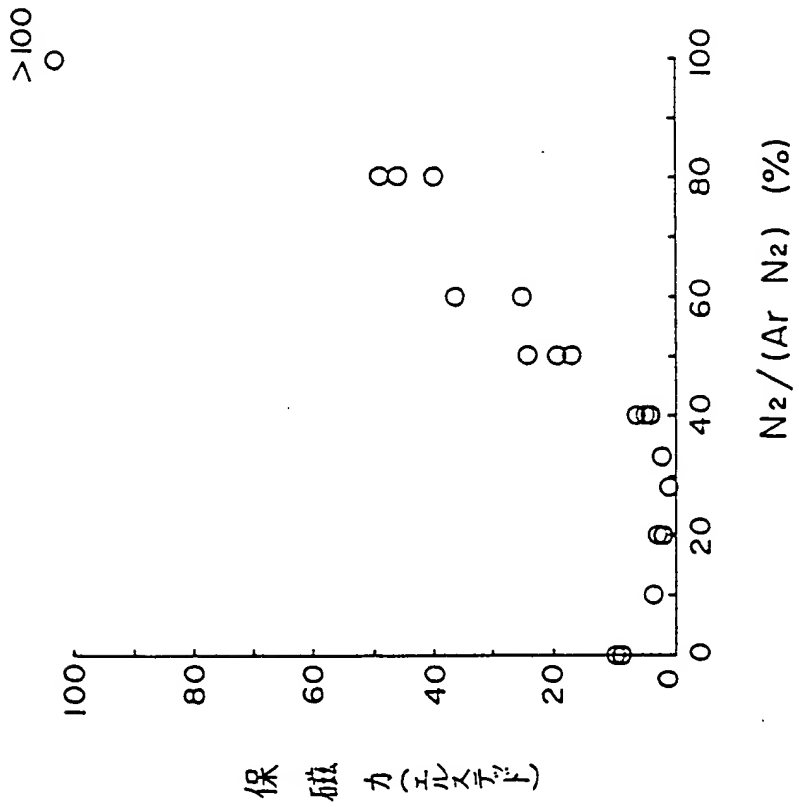
板角度対飽和磁性密度の関係を示す特性図、第5図は本発明により得られた軟磁性鉄薄膜の比透磁力の周波数特性図、第6図は軟磁性鉄薄膜の磁化容易軸および磁化困難軸方向のBHヒステリシスループ図、第7図は窒素ガスを含む不活性ガスイオンビームを使用して成膜した従来の鉄薄膜の基板角度対保磁力の関係を示す特性図である。

- 図面中、1…イオン銃、  
2…ガス導入口、  
3…鉄ターゲット、  
4…基板、  
10…スパッタ装置

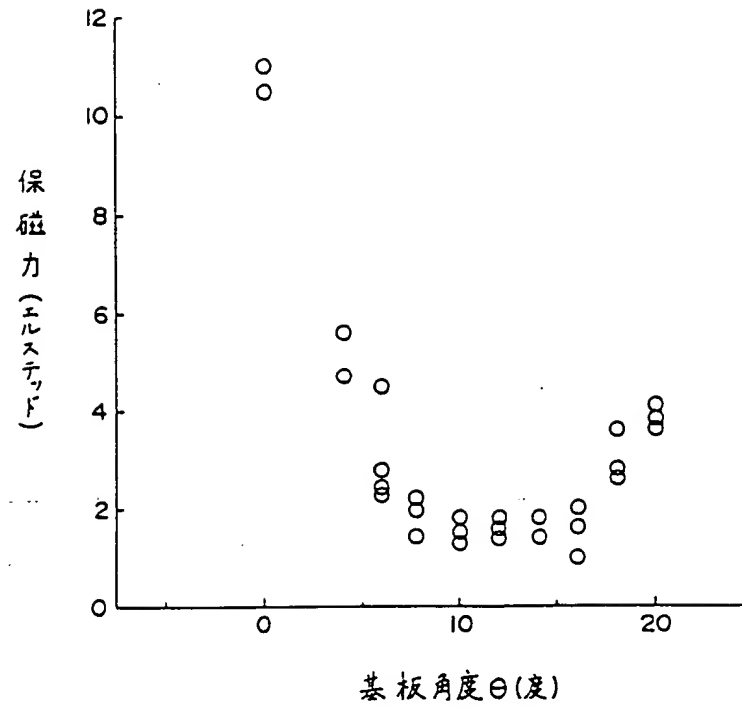
特許出願人 日本電信電話公社  
代理人 弁理士 光石士郎



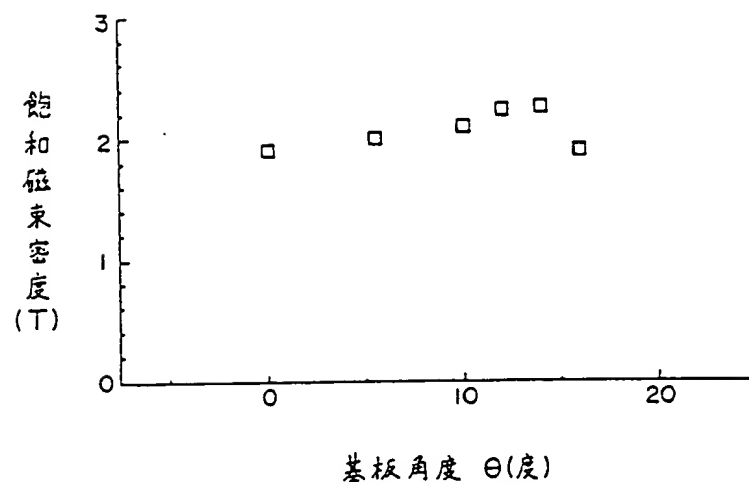
第 2 図



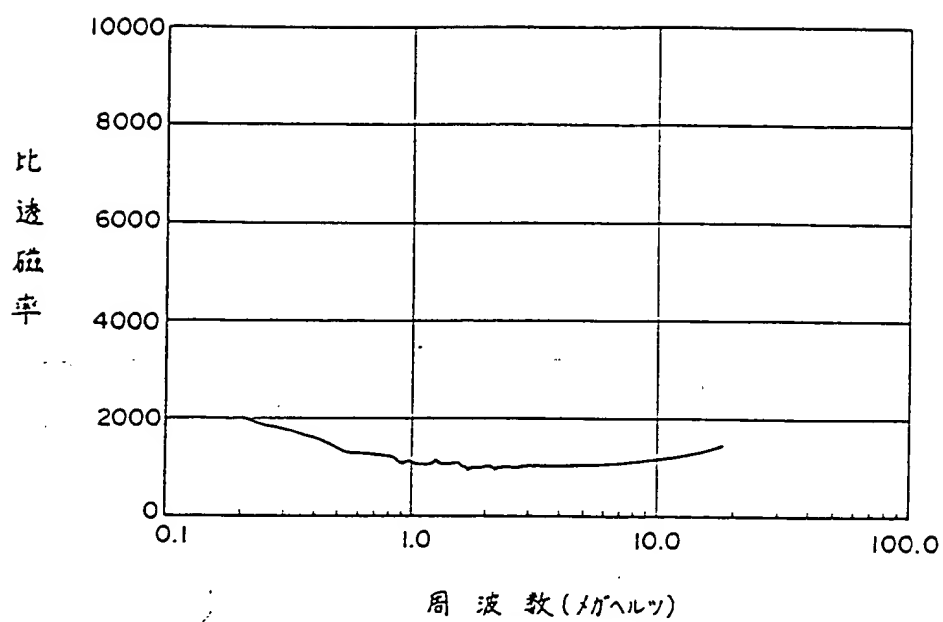
第 3 図



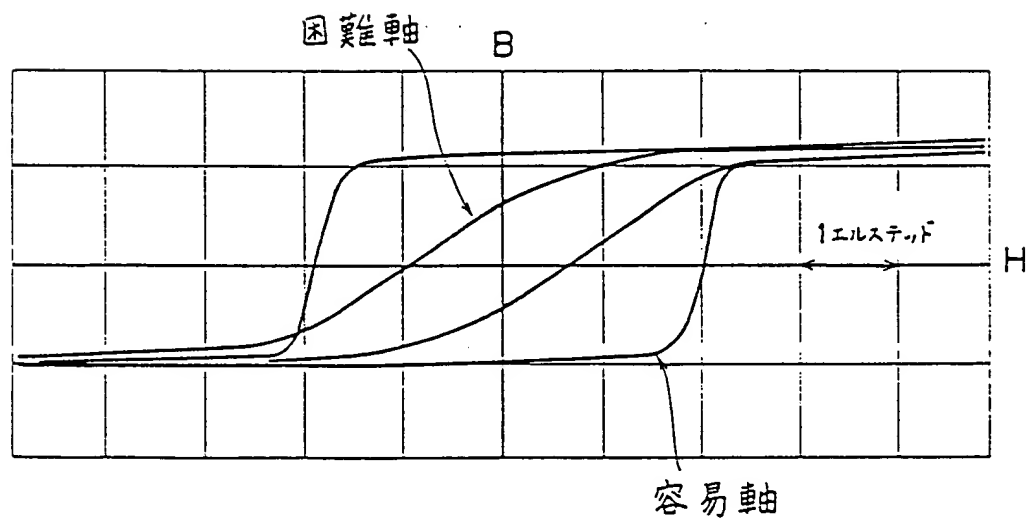
第 4 図



第 5 図

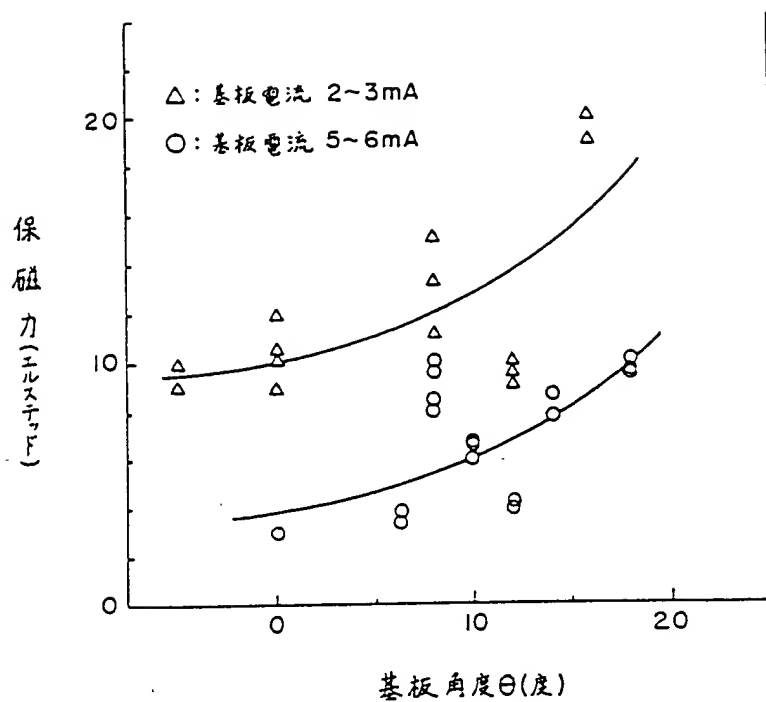


第 6 図





# 第 7 図



第1頁の続き

⑦発 明 者

永 井

靖 浩

武蔵野市緑町3丁目9番11号 日本電信電話公社武蔵野電気通信研究所内